

PCT/JP 03/11443

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

08.09.03

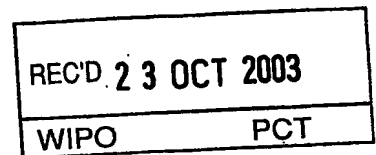
#2

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日  
Date of Application: 2002年 9月13日

出願番号  
Application Number: 特願2002-267563  
[ST. 10/C]: [JP 2002-267563]



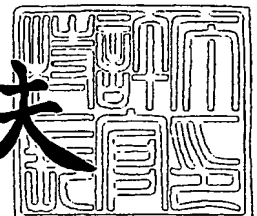
出願人  
Applicant(s): 信越半導体株式会社

PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年10月 9日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 0200116

【提出日】 平成14年 9月13日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C30B 15/00

【発明者】

    【住所又は居所】 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平 1 5 0 番地 信  
越半導体株式会社 半導体白河研究所内

    【氏名】 星 亮二

【発明者】

    【住所又は居所】 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平 1 5 0 番地 信  
越半導体株式会社 半導体白河研究所内

    【氏名】 園川 将

【特許出願人】

    【識別番号】 000190149

    【氏名又は名称】 信越半導体株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100102532

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 好宮 幹夫

    【電話番号】 03-3844-4501

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 043247

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

    【物件名】 明細書 1

    【物件名】 図面 1

    【物件名】 要約書 1

    【包括委任状番号】 9703915

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 単結晶、単結晶ウエーハ及びエピタキシャルウエーハ、並びに単結晶育成方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 単結晶引き上げ法により得られた単結晶であって、結晶成長時の結晶融液の温度変動に起因して単結晶中に取り込まれる不均一縞の間隔が制御されたものであることを特徴とする単結晶。

【請求項2】 前記不均一縞の間隔が、結晶成長軸方向に対して垂直な面内において、1.5 mm以下または2.3 mm以上に制御されたものであることを特徴とする請求項1に記載の単結晶。

【請求項3】 前記単結晶がシリコンであり、その抵抗率が $0.1 \Omega \cdot \text{cm}$ 以下であることを特徴とする請求項1または請求項2に記載の単結晶。

【請求項4】 前記単結晶シリコンの直径が200 mm以上であることを特徴とする請求項1ないし請求項3のいずれか一項に記載の単結晶。

【請求項5】 請求項1ないし請求項4のいずれか一項に記載の単結晶より切り出されたことを特徴とする単結晶ウエーハ。

【請求項6】 前記単結晶ウエーハのウエーハ全面において、 $2 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$ 角の領域におけるナノトポロジーレベルの最大値の平均が14 nm以下であることを特徴とする請求項5に記載の単結晶ウエーハ。

【請求項7】 請求項5または請求項6に記載の単結晶ウエーハの表面にエピタキシャル層が形成されているものであることを特徴とするエピタキシャルウエーハ。

【請求項8】 前記エピタキシャルウエーハのウエーハ全面において、 $2 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$ 角の領域におけるナノトポロジーレベルの最大値の平均が14 nm以下であることを特徴とする請求項7に記載のエピタキシャルウエーハ。

【請求項9】 単結晶引き上げ法により単結晶を育成する単結晶育成方法であって、単結晶育成時の成長速度を $V \text{ (mm/min)}$ とし、結晶融液の温度変動周期を $F \text{ (min)}$ とし、結晶成長界面の水平面に対する角度を $\theta$ とした時に、 $V \times F / \sin \theta$ が一定の範囲となるように成長速度及び／または温度変動周期

を制御して単結晶を育成することを特徴とする単結晶育成方法。

【請求項10】 前記 $V \times F / \sin \theta$ が1.5mm以下または2.3mm以上となるようにして単結晶を育成することを特徴とする請求項9に記載の単結晶育成方法。

【請求項11】 前記育成する単結晶をシリコンとし、その抵抗率を $0.1 \Omega \cdot \text{cm}$ 以下にすることを特徴とする請求項9または請求項10に記載の単結晶育成方法。

【請求項12】 前記結晶融液の温度変動周期の制御を、結晶融液に印加する磁場強度、ルツボ回転速度、単結晶回転速度、導入ガス流量、結晶融液量のうちのいずれか一項目以上を制御することによって行うことを特徴とする請求項9ないし請求項11のいずれか一項に記載の単結晶育成方法。

#### 【発明の詳細な説明】

##### 【0001】

#### 【発明の属する技術分野】

本発明は、半導体デバイスに使用される材料に関するものであって、具体的には、ナノトポロジー特性に優れたウエーハを得ることのできる単結晶及びそれを育成する方法、またその単結晶より切り出された単結晶ウエーハ、並びにその単結晶ウエーハの表面にエピタキシャル層を形成したエピタキシャルウエーハに関するものである。

##### 【0002】

#### 【従来の技術】

半導体デバイスに使用される材料の一つにエピタキシャルウエーハがある。このエピタキシャルウエーハは、例えばシリコン単結晶ウエーハ上にシリコンをエピタキシャル成長させたものであって、その優れた特性から、個別半導体やバイポーラIC等を製造するウエーハとして古くから広く用いられてきた。また、MOS LSIについても、ソフトエラーやラッチアップ特性が優れていることから、マイクロプロセッサユニットやフラッシュメモリデバイスに広く用いられている。エピタキシャルウエーハの優れた特性の一例としては、単結晶製造時に導入される、いわゆるGrown-in欠陥がエピタキシャル層に実質的に存在しな

いので、DRAMの信頼性等の不良が低減するということが挙げられ、その需要はますます拡大している。

#### 【0003】

特に、抵抗率を $0.1\Omega\text{cm}$ 以下とした低抵抗率ウエーハを基板として、その上にエピタキシャル成長したエピタキシャルウエーハは、ラッチアップ特性が優れている上に、基板がゲッタリング能力を備えているため、益々その重要性が高まってきている。

#### 【0004】

一方、近年、半導体デバイス製造工程では、ウエーハ上に金属配線を形成し、その上に絶縁膜を形成し、この絶縁膜を化学的機械的研磨 (Chemical Mechanical Polishing: CMP) により平坦化して、更にその上に金属酸化膜、第2の金属配線を形成する場合、上述のウエーハの研磨面に存在するナノトポロジと言われる (ナノトポグラフィーとも言われる) 微少エリアでのナノメートルオーダーの凹凸が、絶縁膜の厚さの均一性を失わせ、耐圧不良を引き起こす原因の一つと考えられ、デバイスメーカー業界において問題視されるようになってきた。

#### 【0005】

このナノトポロジとは、ウエーハ表面のマイクロラフネスよりも長く、表面平坦性よりも短い周期の表面形状を示すものであり、波長 $0.1\text{mm}\sim 20\text{mm}$ 程度で振幅が数 $\text{nm}\sim 100\text{nm}$ 程度の凹凸のことである。

#### 【0006】

また、ウエーハ表面の平坦性は、リソグラフィーからの要請で平坦化が推し進められており、近年の半導体デバイスの高集積化によりリソグラフィーの線幅が $0.18\mu\text{m}$ 、またはそれ以上に微細化されるにつれて、ナノトポロジが大きな問題となってきている。さらに、STI (Shallow Trench Isolation) を絶縁膜で埋めて表面を研磨する際にも、CMP自体の研磨の均一性だけでなく、元々のウエーハのナノトポロジを良くすることが不可欠になってきている。

#### 【0007】

そのため、このナノトポロジに対する研究、検討は、デバイスメーカーのみならず素材メーカー、公的機関、学界を含む各所で行われ、その測定方法や定量的定義等に関して、目下活発な議論が展開されている。しかしながら、ナノトポロジについては上記のような認識はあるものの、未だナノトポロジに対する測定方法や定量的定義に関して完全に統一された公定標準規格がまとめられる段階には至っていない。

#### 【0008】

現在主に行われているナノトポロジの評価方法としては、一辺が0.1mm～10mm程度の正方形または直径が0.1mmから10mm程度の円形のブロック範囲(WINDOW SIZE等とも呼ばれる)の領域で、ウエーハ表面の凹凸の高低差(P-V値: Peak to Valley)を評価する方法がある。このP-V値は、Nanotopography Height等とも呼ばれる。ナノトポグラフィーによる半導体ウエーハの評価においては、特にウエーハ面内に存在する凹凸の最大値が小さいことが望まれており、通常、2mm×2mmの正方形で複数のブロック範囲に対して測定が行われ、そのP-V値の最大値で評価し、このP-V値の最大値が小さければ小さいほどより品質の優れたウエーハとして評価される。

#### 【0009】

このようなナノトポロジの測定は、ADE社製のWIS-CR83-SQMあるいはNanoMapperや、KLA-Tencor社製のSurfscan-SP1-STN、ニュークリエーション社製のDynaSearch、黒田精工社製のNanoMetro等を用いて行われている。これらの測定装置は、すべて光学式に表面の反射を利用して凹凸の測定を行っている。

#### 【0010】

一般に、このようなウエーハ表面のナノトポロジについては、ウエーハ表面の加工工程におけるエッチング条件や研磨条件等で決定されと考えられている。そのため、ナノトポロジ特性の改善は、例えば特開2002-141311号公報で開示されるように、ウエーハ表面加工におけるCMPの問題という認識から、ウエーハ表面の加工条件の検討による解決策が主に模索されており、ウエ

ーハ表面の加工条件以外の観点からその改善を試みることはほとんどなかった。

#### 【0011】

今後、ナノトポロジー特性については、デバイスサイズの微細化が一層進むにつれて益々厳しい規格に収める必要が高まってくる。特に、次世代を担う材料では、最先端の極細リソグラフィーのラインで使用されることは明かであり、優れたナノトポロジー特性を有するウエーハが必然的に求められるようになるのは明らかである。

#### 【0012】

したがって、従来のようにウエーハ表面の加工条件からだけではなく、さらに他の観点からもナノトポロジー特性の改善を図ることによって、ナノトポロジー特性が非常に優れたウエーハを製造することが必要となってくる。

#### 【0013】

##### 【特許文献1】

特開2002-141311号公報 ((0016) - (0023) 段落、第1図-第3図)

#### 【0014】

##### 【発明が解決しようとする課題】

そこで本発明は、このような点に鑑みてなされたものであり、ウエーハ表面の加工条件とは異なる観点からナノトポロジー特性を改善し、ナノトポロジー特性、特に2mm×2mm角の測定におけるナノトポロジー特性に優れたウエーハを切り出すことのできる単結晶、その単結晶より切り出された単結晶ウエーハ、及びその単結晶ウエーハ表面にエピタキシャル層を形成したエピタキシャルウエーハ、並びにその単結晶を育成する単結晶育成方法を提供することを目的とする。

#### 【0015】

##### 【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するために、本発明によれば、単結晶引き上げ法により得られた単結晶であって、結晶成長時の結晶融液の温度変動に起因して単結晶中に取り込まれる不均一縞の間隔が制御されたものであることを特徴とする単結晶が提供される(請求項1)。



## 【0016】

本発明者等は、ウエーハ表面のナノトポロジー特性が、結晶成長時の結晶融液の温度変動に起因して単結晶中に取り込まれる不均一縞の間隔によって左右されることを新たに見出した。したがって、上記のように、単結晶引き上げ法により得られた単結晶が、結晶成長時の結晶融液の温度変動に起因して単結晶中に取り込まれる不均一縞の間隔が制御されたものであれば、ナノトポロジー特性が制御された優れた単結晶ウエーハを切り出すことのできる単結晶とすることができる。

## 【0017】

このとき、前記不均一縞の間隔が、結晶成長軸方向に対して垂直な面内において、1.5 mm以下または2.3 mm以上に制御されたものであることが好ましい（請求項2）。

## 【0018】

このように、単結晶中に取り込まれる不均一縞の間隔が、結晶成長軸方向に対して垂直な面内において、1.5 mm以下または2.3 mm以上に制御されたものであれば、現在主に測定されている2 mm×2 mm角の領域におけるナノトポロジーレベルが非常に優れた単結晶ウエーハを切り出すことのできる単結晶とすることができる。

## 【0019】

さらに、前記単結晶がシリコンであり、その抵抗率が $0.1 \Omega \cdot \text{cm}$ 以下であることが好ましい（請求項3）。

本発明者等はナノトポロジー特性について研究を重ねた結果、従来の低抵抗率単結晶ウエーハはゲッタリング能力に優れているものの、抵抗率制御のために添加されるドーパントの作用で、不均一縞の影響によるナノトポロジーの劣化が深刻であることがわかってきた。したがって、本発明の単結晶が、上述のようにシリコンであり、その抵抗率が $0.1 \Omega \cdot \text{cm}$ 以下と低抵抗率を示すものとすれば、ナノトポロジーの劣化を確実に防止し、ゲッタリング能力に優れている上に、ナノトポロジー特性も非常に優れたウエーハが得られる単結晶とすることができるため、非常に有益である。

## 【0020】

また、前記単結晶シリコンの直径が200mm以上であるものとすることができる（請求項4）。

一般的に直径が200mm以上の大口径結晶では、ある程度的高速での結晶成長が難しく、やや遅い速度範囲で育成することが多い。この結果、大口径結晶、特に直径が200mm以上の結晶ではナノトポロジー特性が悪化せざるを得なかった。本発明では、成長速度をある程度速くすることによりナノトポロジー特性を改善できることがわかったため、直径が200mm以上の単結晶でも優れたナノトポロジー特性を有するウエーハが得られるものとすることができる。また、成長速度を速くしてナノトポロジー特性を改善するということは、品質向上だけでなく生産性向上を図ることも可能である。

## 【0021】

そして、本発明によれば、上記本発明の単結晶より切り出されたことを特徴とする単結晶ウエーハを提供することができ（請求項5）、このとき、前記単結晶ウエーハのウエーハ全面において、2mm×2mm角の領域におけるナノトポロジーレベルの最大値の平均が14nm以下であるものとすることができる（請求項6）。

## 【0022】

このような本発明の単結晶ウエーハであれば、ナノトポロジー特性に優れている高品質のウエーハとすることができ、特に、2mm×2mm角ナノトポロジーレベルをウエーハ全面にわたり測定した際に、その最大値の平均が14nm以下の良好なレベルが達成された単結晶ウエーハとなる。

## 【0023】

さらに、本発明によれば、上記本発明の単結晶ウエーハの表面にエピタキシャル層が形成されているものであることを特徴とするエピタキシャルウエーハを提供することができ（請求項7）、このとき、前記エピタキシャルウエーハのウエーハ全面において、2mm×2mm角の領域におけるナノトポロジーレベルの最大値の平均が14nm以下であるものとすることができる（請求項8）。

## 【0024】

エピタキシャルウエーハにおけるナノトポロジ特性は、基板のナノトポロジ特性を反映するものであるため、上記のように本発明の単結晶ウエーハを基板としてその表面にエピタキシャル層を形成したエピタキシャルウエーハであれば、ナノトポロジ特性に優れたものとすることができる。特に、エピタキシャルウエーハの $2\text{ mm} \times 2\text{ mm}$ 角ナノトポロジレベルをエピタキシャルウエーハ全面にわたり測定した場合、その最大値の平均が $14\text{ nm}$ 以下の良好なレベルが達成されたものとなる。さらに、ナノトポロジ特性に優れたエピタキシャルウエーハは、単結晶ウエーハ表面とエピタキシャル層との間に凹凸に起因した内部応力（歪）の発生が少ないため、エピタキシャル層にスリップ・ラインの発生がない。その結果、デバイス製造中で熱的機械的強度に強く、特に $0.1\text{ }\Omega\text{ cm}$ 以下の低抵抗率単結晶ウエーハを基板として用いれば、ミスフィットによる高いゲッタリング能力をも有するエピタキシャルウエーハとなる。さらに、低抵抗率のウエーハであればラッチアップ特性も優れている。

#### 【0025】

また、本発明によれば、単結晶引き上げ法により単結晶を育成する単結晶育成方法であって、単結晶育成時の成長速度を $V\text{ (mm/min)}$ とし、結晶融液の温度変動周期を $F\text{ (min)}$ とし、結晶成長界面の水平面に対する角度を $\theta$ とした時に、 $V \times F / \sin \theta$ が一定の範囲となるように成長速度及び／または温度変動周期を制御して単結晶を育成することを特徴とする単結晶育成方法を提供することができる（請求項9）。

#### 【0026】

このように、単結晶引き上げ法により単結晶を育成する際に、成長速度 $V$ 、結晶融液の温度変動周期 $F$ 、結晶成長界面の水平面に対する角度 $\theta$ に関して、 $V \times F / \sin \theta$ が一定の範囲となるように成長速度及び／または温度変動周期を制御することによって、結晶成長時の結晶融液の温度変動に起因して単結晶中に取り込まれる不均一縞の間隔を適切な大きさに制御することができる。したがって、ナノトポロジ特性を制御した優れた単結晶ウエーハを切り出すことのできる単結晶を製造することができる。尚、 $V \times F / \sin \theta$ は、後述するように、結晶成長軸方向に対して垂直な面内における融液の温度変動に起因する不均一縞の

間隔に相当する。

#### 【0027】

このとき、前記  $V \times F / \sin \theta$  が 1.5 mm 以下または 2.3 mm 以上となるようにして単結晶を育成することが好ましい（請求項 10）。

このように、単結晶を育成する際に、 $V \times F / \sin \theta$  が 1.5 mm 以下または 2.3 mm 以上となるようにすることによって、2 mm × 2 mm 角のナノトポロジーレベルが非常に優れた単結晶ウエーハを切り出すことのできる単結晶を得ることができる。

#### 【0028】

さらに、前記育成する単結晶をシリコンとし、その抵抗率を  $0.1 \Omega \cdot \text{cm}$  以下にすることが好ましい（請求項 11）。

このように、本発明によって育成する単結晶をシリコンとし、その抵抗率を  $0.1 \Omega \cdot \text{cm}$  以下にすることによって、低抵抗率単結晶において問題となるナノトポロジーの劣化を防止し、優れたゲッタリング能力と優れたナノトポロジー特性を有するウエーハを切り出すことのできる単結晶を製造することができる。

#### 【0029】

また、前記結晶融液の温度変動周期の制御を、結晶融液に印加する磁場強度、ルツボ回転速度、単結晶回転速度、導入ガス流量、結晶融液量のうちのいずれか一項目以上を制御することによって行うことが好ましい（請求項 12）。

#### 【0030】

このように、温度変動周期の制御を、結晶融液に印加する磁場強度、ルツボ回転速度、単結晶回転速度、導入ガス流量、結晶融液量のうちのいずれか一項目以上を制御することによって、容易にかつ高精度に温度変動周期を制御できる。

#### 【0031】

##### 【発明の実施の形態】

以下、本発明について実施の形態を説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

従来、ナノトポロジー特性は、主にウエーハ表面の加工工程におけるエッチング条件や研磨条件等で決定され则认为られており、ウエーハ表面加工以外の観

点からナノトポロジー特性を改善する試みが行われることはなかった。

#### 【0032】

本発明者等は、様々な角度からナノトポロジー特性の改善を試みるため、単結晶ウエーハのナノトポロジー特性について研究を重ねた。その結果、単結晶を育成する際に、結晶成長時の結晶融液の温度変動に起因して単結晶に取りこまれる不均一縞の間隔がナノトポロジーを測定する際の測定領域の大きさと近いときに、単結晶ウエーハのナノトポロジー特性を劣化させることを見出した。

#### 【0033】

特に、例えばホウ素やリン等をドーピングした従来の低抵抗率のシリコン単結晶は、ゲッタリング能力に優れているという利点を有するものの、抵抗率を制御するドーパントの量が多いためにウエーハの硬度が高く、その結果、このドーパントの濃度の不均一が単結晶の硬さの違いを生じ、その単結晶から切り出されたシリコンウエーハの表面に微小な凹凸となって現れ易い。したがって、従来の低抵抗率のシリコン単結晶は、結晶成長起因の不均一縞によって引き起こされるナノトポロジーの劣化が非常に深刻であることがわかった。

#### 【0034】

そこで、本発明者等は、単結晶を育成する際に、この結晶融液の温度変動に起因する不均一縞の間隔を一定の範囲、すなわちナノトポロジーを測定する際の測定領域の大きさと異なる範囲に制御することによって、ウエーハ表面加工以外の観点からでもナノトポロジー特性の改善を図れることを見出し、本発明を完成させた。

#### 【0035】

すなわち、本発明によれば、単結晶引き上げ法により得られた単結晶であって、結晶成長時の結晶融液の温度変動に起因して単結晶中に取り込まれる不均一縞の間隔が制御されたものであることを特徴とする単結晶が提供される。

#### 【0036】

さらに、本発明は、上記のような単結晶を育成する方法として、単結晶引き上げ法により単結晶を育成する単結晶育成方法であって、単結晶育成時の成長速度を  $V$  (mm/min) とし、結晶融液の温度変動周期を  $F$  (min) とし、結晶

成長界面の水平面に対する角度を $\theta$ とした時に、 $V \times F / \sin \theta$ が一定の範囲となるように成長速度及び/または温度変動周期を制御して単結晶を育成することを特徴とする単結晶育成方法を提供するものである。

#### 【0037】

以下に、本発明の単結晶育成方法について図面を参照しながら詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

本発明の単結晶育成方法において用いられる単結晶育成装置は特に限定されるものではないが、例えば図10に示すような単結晶育成装置を用いることができる。以下に図10を参照しながら、本発明の単結晶育成方法を行うための単結晶育成装置について説明する。

#### 【0038】

図10の単結晶育成装置は、結晶融液4が充填された石英ルツボ5と、これを保護する黒鉛ルツボ6と、該ルツボ5、6を取り囲むように配置された加熱ヒータ7と断熱材8がメインチャンバ1内に設置されており、該メインチャンバ1の上部には育成した単結晶3を収容し、取り出すための引上げチャンバ2が接続されている。

#### 【0039】

このような単結晶育成装置を用いて単結晶3を育成する場合、チョクラルスキー法（CZ法）により、石英ルツボ5中の結晶融液4に種結晶を浸漬した後、種絞りを経て回転させながら静かに引上げて棒状の単結晶3を成長させる。一方、ルツボ5、6は結晶成長軸方向に昇降可能であり、結晶成長中に結晶化して減少した融液の液面下降分を補うようにルツボを上昇させ、これにより、融液表面の高さを一定に保持している。また、メインチャンバ1の内部には、引上げチャンバ2の上部に設けられたガス導入口10からアルゴンガス等の不活性ガスが導入され、引上げ中の単結晶3とガス整流筒11との間を通過し、遮熱部材12の下部と融液面との間を通過し、ガス流出口9から排出されている。さらに、放射温度計（不図示）を用いて、石英ルツボ5中の結晶融液4の温度を、ガラス窓を通して結晶融液表面の輻射から測定し、結晶融液の温度変動の周期を測定する。

#### 【0040】

本発明によれば、このようにして単結晶を育成する際に、単結晶育成時の成長速度を  $V$  (mm/min) とし、結晶融液の温度変動周期を  $F$  (min) とし、結晶成長界面の水平面に対する角度を  $\theta$  とした時に、 $V \times F / \sin \theta$  が一定の範囲となるように成長速度及び／または温度変動周期を制御して単結晶を育成することが重要である。

#### 【0041】

通常、単結晶を上記のように単結晶引き上げ法により育成する際、結晶成長界面の形状は図6に示すような上に凸の形状になっているため、ルツボ内での結晶融液温度の微小な変動が単結晶中に取り込まれて、図7に示すような不均一縞を発生させる。このとき、不均一縞の間隔  $d$  は、単結晶の成長速度  $V$  と結晶融液の温度変動周期  $F$  との積  $d = V \times F$  で表される。

#### 【0042】

この図7のような不均一縞が形成された単結晶から単結晶ウエーハを切り出すと、作製された単結晶ウエーハには図8のような縞が形成されることとなる。このとき、ウエーハ表面における不均一縞の間隔を  $L$  とすると（図9）、不均一縞の間隔  $L$  は、結晶成長界面の水平面に対する角度  $\theta$  を用いて  $L = d / \sin \theta = V \times F / \sin \theta$  と表される。尚、結晶成長界面の形状は図6のように曲率を持っており、厳密に測定を行うと同一ウエーハ表面内でもウエーハの径方向で不均一縞の間隔  $L$  の値が異なってくる。しかしながら、その誤差は  $L$  の値に対して非常に小さいため、結晶成長界面の形状に曲率があっても、ウエーハ表面全体における不均一縞の間隔は  $L = V \times F / \sin \theta$  を代表値として求めることができる。

#### 【0043】

本発明者等の研究によれば、上述のように、この不均一縞の間隔  $L$  が、ナノトポロジー特性を測定する際の測定領域の大きさと近い値の場合に、単結晶ウエーハのナノトポロジー特性を劣化させることが明らかとなった。したがって、単結晶を育成する際に、ウエーハ面上での不均一縞の間隔  $L$ 、すなわち  $V \times F / \sin \theta$  の値がナノトポロジーを測定する際の測定領域の大きさと異なる範囲となるように単結晶の成長速度  $V$  及び／または結晶融液の温度変動周期  $F$  を制御するこ

とによって、ナノトポロジー特性の劣化を防止することができる。

#### 【0044】

現在のナノトポロジーの測定は、前述のように、主に  $2\text{ mm} \times 2\text{ mm}$  角の領域において行われている。そのため、この  $2\text{ mm} \times 2\text{ mm}$  角の領域内におけるナノトポロジー特性を改善するには、育成される単結晶において、結晶成長軸方向に対して垂直な面内での不均一縞の間隔  $L$ 、すなわち  $V \times F / \sin \theta$  が、 $2\text{ mm}$  前後の値となっていないことが重要である。特に、 $V \times F / \sin \theta$  が  $1.5\text{ mm}$  以下または  $2.3\text{ mm}$  以上となるように成長速度  $V$  及び  $F$  または温度変動周期  $F$  を制御して単結晶を育成することが好ましく、そうすることによって、ウエーハを作製した際に  $14\text{ nm}$  以下のナノトポロジーレベルを得られることが実験的に確かめられた（図1）。

#### 【0045】

尚、上記の  $V \times F / \sin \theta$  の範囲は、現在行われている  $2\text{ mm} \times 2\text{ mm}$  角の領域においてナノトポロジーを測定した際にナノトポロジー特性の劣化を防止するものであって、本発明における  $V \times F / \sin \theta$  の範囲はこれに限定されるものではない。すなわち、ナノトポロジーの測定領域が公式的な規格や技術の進歩等により将来的に異なってくる場合、本発明はそのナノトポロジーの測定領域に応じて適宜  $V \times F / \sin \theta$  の範囲を適切に変更でき、それによってナノトポロジー特性の劣化を防止することができることは言うまでもない。

#### 【0046】

このとき、単結晶の成長速度  $V$  の制御は、単結晶を引き上げる際の引き上げ速度を制御することによって行うことができる。また一方、結晶融液の温度変動周期  $F$  の制御は、例えば結晶融液に印加する磁場強度、ルツボ回転速度、単結晶回転速度、導入ガス流量、結晶融液量のうちのいずれか一項目以上を制御することによって容易に行うことができる。

#### 【0047】

特に、温度変動周期は、結晶融液に印加する磁場強度を制御することによって容易にかつ高精度に制御することができる。実際に、図10に示した単結晶育成装置（直径  $800\text{ mm}$  のルツボを装備）を用いて、 $320\text{ kg}$  のシリコン原料を



チャージしてこれらを溶解した後、シリコン単結晶を育成する直前の状態にしてシリコン融液の表面温度を放射温度計を用いて測定した。このとき、水平磁場の中心での強度を0 Gから4000 Gまで変化させて、融液表面の温度変動周期を測定した。その結果、図5に示したように、0 Gで $F=0.26 \text{ min}$ 、1000 Gで $0.39 \text{ min}$ 、2000 Gで $0.44 \text{ min}$ 、3000 Gで $0.50 \text{ min}$ 、4000 Gで $0.55 \text{ min}$ となり、磁場強度変化に伴って温度変動周期も変化した。この結果より、結晶融液に印加する磁場強度を制御することによって結晶融液の温度変動周期を高精度に制御できることが確認された。従って、磁場強度を制御することによって、ウエーハ面内での不均一縞の間隔 $L$ を高精度に制御できる。結果として、ナノトポロジーを大幅に改善できることになる。

#### 【0048】

以上のように、本発明の単結晶育成方法を用いることによって、結晶成長時の結晶融液の温度変動に起因して単結晶中に取り込まれる不均一縞の間隔が制御された単結晶を製造することができる。このような結晶成長起因の不均一縞の間隔が制御された単結晶であれば、ナノトポロジー特性に優れた単結晶ウエーハを切り出すことのできる単結晶とすることができる。すなわち、本発明によれば、従来のようにウエーハ表面の加工条件を制御するのではなく、単結晶育成条件を制御することによって、ウエーハのナノトポロジー特性を改善することが可能となる。

#### 【0049】

さらに本発明によれば、育成する単結晶がシリコンであり、シリコンにホウ素やリン等をドーピングして $0.1 \Omega \cdot \text{cm}$ 以下と低抵抗率を示すものであっても、単結晶中に取り込まれる不均一縞の間隔を制御することによって、従来低抵抗率の単結晶で特に深刻であったナノトポロジー特性の劣化を上記のように確実に防止することができる。したがって、ゲッタリング能力に優れている上に、ナノトポロジー特性も非常に優れたウエーハが得られる低抵抗率のシリコン単結晶を育成することが可能となる。このとき、抵抗率の下限については特に限定されるものではないが、例えばホウ素やリン等のドーパントを固溶限界までドーピングした際の単結晶の抵抗率がその下限値となる。

## 【0 0 5 0】

また、本発明によれば、単結晶の直径が2 0 0 mm以上であり、ある程度成長速度を速くすることによりナノトポロジ特性を改善できる。このように、成長速度を速くしてナノトポロジ特性を改善するということは、品質面だけでなく生産性の面でも向上を図ることができる。

## 【0 0 5 1】

また、上記本発明の単結晶育成方法によって単結晶を育成した後、この単結晶を切り出し、従来行われているようなラッピング、面取り、研磨等の工程を施すことによって、単結晶ウエーハを製造することができる。

このような単結晶ウエーハであれば、ナノトポロジ特性に優れている高品質のウエーハとすることができる。特に、2 mm×2 mm角の領域におけるナノトポロジレベルをウエーハ全面にわたり測定した際に、その最大値の平均が1 4 nm以下の良好なレベルが達成された単結晶ウエーハとなる。

## 【0 0 5 2】

さらに、この単結晶ウエーハの表面にエピタキシャル層を形成することによって、エピタキシャルウエーハを製造することができる。このようなエピタキシャルウエーハであれば、基板となる単結晶ウエーハのナノトポロジ特性が優れているため、エピタキシャルウエーハのナノトポロジ特性も優れているものとなる。特に、エピタキシャルウエーハの2 mm×2 mm角の領域におけるナノトポロジレベルをウエーハ全面にわたり測定した場合、その最大値の平均が1 4 nm以下の良好なレベルが達成されたものとなる。

## 【0 0 5 3】

また、このようなナノトポロジ特性に優れたエピタキシャルウエーハは、エピタキシャル層の膜厚均一性が優れており、さらに単結晶ウエーハ表面とエピタキシャル層との間に凹凸が起因の内部応力（歪）の発生が少ないため、エピタキシャル層にスリップ・ラインが発生しない。したがって、デバイス製造中で熱的機械的強度に強く、特に0. 1  $\Omega \cdot \text{cm}$ 以下の低抵抗率単結晶ウエーハを基板として用いることによって高いゲッターリング能力を有するものとなる。したがって、LSIデバイスにおける高歩留りを期待することができる。

## 【0054】

尚、上記本発明においては、結晶融液の温度変動に関して温度変動周期に焦点を当てて説明を行っている。しかしながら、本発明の根本的な発見に基づけば、結晶融液の温度変動幅を小さくすることによっても、単結晶ウエーハのナノトポロジー特性を改善することが可能となる。

## 【0055】

## 【実施例】

以下、実施例及び比較例を示して本発明をより具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

尚、以下の実施例及び比較例においては、ナノトポロジーの測定を  $2\text{ mm} \times 2\text{ mm}$  角の領域で行うものとする。また、ここで用いた単結晶育成装置で同直径のシリコン単結晶を育成する場合の結晶成長界面形状、すなわち結晶成長界面の水平面に対する角度  $\theta$  を予め調べるために、以下のようなX線トポグラフによる観察を行った。まず、成長速度及び磁場強度を変化させながら単結晶を育成し、この単結晶を結晶成長軸方向にスライスして縦割りサンプルを作製した後、これに  $800^\circ\text{C}$  で4時間 +  $1000^\circ\text{C}$  で16時間の析出熱処理を行った。その後、X線トポグラフにより熱処理した縦割りサンプルを観察した。その観察結果を図2に示す（半径部分のみ）。このX線トポグラフによる観察結果から、結晶成長界面の水平面に対する角度  $\theta$  を求めた結果、 $\theta = 10$  でほとんど変化がないことが分かった。

## 【0056】

## （実施例1）

まず、図10に示した単結晶育成装置（直径  $800\text{ mm}$  の石英ルツボを装備）を用い、石英ルツボにシリコン原料を  $320\text{ kg}$  の量でチャージし、中心磁場強度  $4000\text{ G}$  の水平磁場を印加しながら、直径  $300\text{ mm}$  で直胴長さ約  $120\text{ cm}$  のシリコン単結晶を育成した。その際、ホウ素をドーピングすることによって、単結晶の抵抗率を  $0.006 \sim 0.009\ \Omega \cdot \text{cm}$  となるようにした。このとき、図5に示した磁場強度と温度変動周期の関係から  $4000\text{ G}$  の磁場強度での温度変動周期は  $0.55\text{ min}$  であるので、成長速度を  $0.44\text{ mm/min}$  に制御

することとし、実施例 1 における  $V \times F / \sin \theta$  の値を、 $V \times F / \sin \theta = 0.44 \times 0.55 / \sin 10 = 1.39$  (mm) となるようにした。

#### 【0057】

このようにして育成したシリコン単結晶からシリコンウエーハを切出し、 $2\text{ mm} \times 2\text{ mm}$  角の領域でナノトポロジーの測定を行った。一般に、シリコン溶液量が多いほど熱対流が強く温度変動も大きくなるので、単結晶育成の早い段階であるほど溶液の温度変動に起因する不均一縞が影響を受けやすい。そのため、本実施例では、単結晶肩部から  $10 \sim 15\text{ cm}$  の範囲から切り出したシリコンウエーハを 50 枚作製し、それらのナノトポロジーを測定した。その結果、50 枚のシリコンウエーハにおける  $2\text{ mm} \times 2\text{ mm}$  角領域のナノトポロジーレベルの最大値の平均は  $13.3\text{ nm}$  と良好な値であり、ナノトポロジー特性が優れていることが分かった。

#### 【0058】

##### (実施例 2)

実施例 1 と同じ単結晶育成装置を用いて、中心磁場強度  $3000\text{ G}$  の水平磁場を印加しながら、直径  $300\text{ mm}$  で直胴長さ約  $120\text{ cm}$  のシリコン単結晶を育成した。その際、実施例 1 と同様に単結晶の抵抗率を  $0.006 \sim 0.009\ \Omega \cdot \text{cm}$  となるようにした。このとき、 $3000\text{ G}$  の磁場強度での温度変動周期は  $0.50\text{ min}$  であるので、成長速度を  $0.92\text{ mm/min}$  に制御することとし、実施例 2 における  $V \times F / \sin \theta$  の値を、 $V \times F / \sin \theta = 0.92 \times 0.50 / \sin 10 = 2.65$  (mm) となるようにした。

#### 【0059】

このようにして育成したシリコン単結晶の肩部から  $10 \sim 15\text{ cm}$  の範囲から切り出したシリコンウエーハを 50 枚作製し、それらのナノトポロジーを測定した。その結果、ナノトポロジーレベルの最大値の平均は  $11.4\text{ nm}$  と非常に良好な値であり、ナノトポロジー特性が非常に優れていた。また、図 3 に作製したシリコンウエーハのナノトポロジーを測定した結果をマップ状にしたものを示す。図 3 に示したように、実施例 2 のシリコンウエーハでは、ウエーハ表面に結晶起因の不均一縞が強くは観察されず、ウエーハ表面の凹凸が小さいことがわかる。

## 【0060】

さらに、このシリコンウエーハの表面にエピタキシャル層を形成してエピタキシャルウエーハを作製し、そのナノトポロジを測定したところ、上記とほぼ同等のナノトポロジレベルを示し、ナノトポロジ特性が非常に優れていることがわかった。

## 【0061】

## (実施例3)

上記と同じ単結晶育成装置を用いて、磁場を印加せずに、直径300mmで直胴長さ約120cmのシリコン単結晶を育成した。その際、単結晶の抵抗率を $0.006 \sim 0.009 \Omega \cdot \text{cm}$ となるようにした。このとき、0Gの磁場強度での温度変動周期は0.26minであるので、成長速度を $0.82 \text{ mm/min}$ に制御し、実施例3では、 $V \times F / \sin \theta = 0.82 \times 0.26 / \sin 10 = 1.23 \text{ (mm)}$ となるようにした。

## 【0062】

このようにして育成したシリコン単結晶の肩部から10～15cmの範囲から切出したシリコンウエーハを50枚作製し、それらのナノトポロジを測定した。その結果、ナノトポロジレベルの最大値の平均は12.3nmと良好な値であり、ナノトポロジ特性が優れていた。

## 【0063】

## (比較例1)

上記実施例と同じ単結晶育成装置を用いて、中心磁場強度4000Gの水平磁場を印加しながら、直径300mmで直胴長さ約120cmのシリコン単結晶を育成した。その際、実施例と同様に単結晶の抵抗率を $0.006 \sim 0.009 \Omega \cdot \text{cm}$ となるようにした。このとき、成長速度を $0.55 \text{ mm/min}$ に制御して、 $V \times F / \sin \theta = 0.55 \times 0.55 / \sin 10 = 1.74 \text{ (mm)}$ となるようにした。この値は今回のナノトポロジ測定領域となる2mmに近い値である。

## 【0064】

このようにして育成したシリコン単結晶の肩部から10～15cmの範囲から

切出したシリコンウエーハを50枚作製し、それらのナノトポロジを測定した。その結果、ナノトポロジレベルの最大値の平均は14.7 nmと大きな値を示し、ナノトポロジ特性が低下していた。このとき、作製したシリコンウエーハのナノトポロジを測定した結果をマップ状に示したものが図4であり、ウエーハ表面に結晶成長起因の不均一縞が強く観察され、ウエーハ表面の凹凸がはっきりと確認された。

#### 【0065】

(比較例2)

上記と同じ単結晶育成装置を用いて、中心磁場強度4000 Gの水平磁場を印加しながら、直径300 mmで直胴長さ約120 cmのシリコン単結晶を育成した。その際、単結晶の抵抗率を0.006~0.009  $\Omega \cdot \text{cm}$ となるようにした。このとき、成長速度を0.63 mm/minに制御して、 $V \times F / \sin \theta = 0.63 \times 0.55 / \sin 10 = 1.99$  (mm) となるようにした。この値は今回のナノトポロジ測定領域とほぼ同じ値である。

#### 【0066】

このようにして育成したシリコン単結晶の肩部から10~15 cmの範囲から切出したシリコンウエーハを50枚作製し、それらのナノトポロジを測定した。その結果、ナノトポロジレベルの最大値の平均は15.3 nmと非常に大きな値を示し、ナノトポロジ特性が大きく低下していた。

#### 【0067】

上記実施例1~3及び比較例1、2の結果について、 $V \times F / \sin \theta$ を横軸に、測定したナノトポロジレベルを縦軸にとったグラフにプロットした結果を図1に示す。この図1より、 $V \times F / \sin \theta$ の値が2 mmのところでナノトポロジレベルが最も悪化しており、 $V \times F / \sin \theta$ の値が2 mmから小さく、または大きくなるにつれてウエーハのナノトポロジ特性が良好となることがわかる。さらに、 $V \times F / \sin \theta$ が1.5 mm以下または2.3 mm以上の範囲では、ナノトポロジの最大値の平均が14 nm以下を示した。

#### 【0068】

また、実施例2及び3のように、成長速度を速くしてナノトポロジを改善で

きることは、生産性向上の点からも非常に有望な技術である。直径200mm以上の大口径の単結晶を育成する場合、高速での結晶成長は難しいため、一般に結晶成長速度がやや遅い比較例1及び2のような速度範囲で育成することが多い。したがって、実施例2及び3のように、成長速度を速くしてナノトポロジー特性を改善すれば、品質向上だけでなく生産性の向上も図ることができる。

#### 【0069】

なお、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

#### 【0070】

例えば、上記では、直径300mmの単結晶を育成する場合を例に挙げて説明したが、本発明はこれに限定されるものではなく、直径200mm、あるいは400mm以上の大口径を有する単結晶を育成する場合であっても、同様に本発明を適用することができる。

#### 【0071】

##### 【発明の効果】

以上説明したように、本発明によれば、単結晶育成条件の制御により単結晶中に取り込まれる不均一縞の間隔を制御することによって、ナノトポロジー特性を改善できる。したがって、ナノトポロジー特性、特に2mm×2mm角の領域におけるナノトポロジー特性に優れたウエーハを切り出すことのできる単結晶、その単結晶より切り出された単結晶ウエーハ、並びにこの単結晶ウエーハにエピタキシャル層を形成したエピタキシャルウエーハを提供することができる。さらに、本発明のエピタキシャルウエーハは、エピタキシャル層の膜厚均一性に優れ、LSIデバイスにおける高歩留まりを期待することができる。

##### 【図面の簡単な説明】

##### 【図1】

$V \times F / \sin \theta$  とナノトポロジーレベルの関係を表したグラフである。

##### 【図2】

結晶成長界面形状を調べるために、X線トポグラフにより単結晶の縦割りサンプルを観察した結果（半径部分のみ）を表す図である。

【図 3】

実施例 2 におけるウエーハのナノトポロジを測定した結果をマップ状に示した図である。

【図 4】

比較例 1 におけるウエーハのナノトポロジを測定した結果をマップ状に示した図である。

【図 5】

磁場強度と結晶溶液の温度変動周期の関係を表したグラフである。

【図 6】

単結晶を育成する際の結晶成長界面を模式的に表した図である。

【図 7】

結晶溶液の温度変動が不均一縞として単結晶内に取り込まれた様子を模式的に表した単結晶の断面図である。

【図 8】

図 7 の単結晶から切り出されたウエーハを模式的に表した断面図である。

【図 9】

ウエーハ表面における不均一縞の間隔  $L$  を模式的に表した図である。

【図 10】

本発明において使用した単結晶育成装置の概要図である。

【符号の説明】

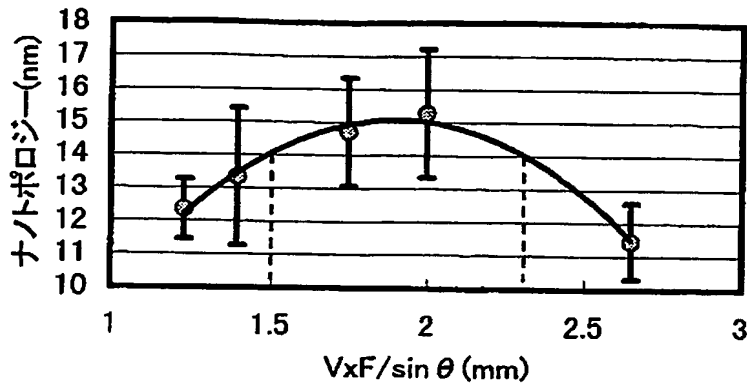
【符号の説明】

- 1…メインチャンバ、 2…引上げチャンバ、 3…単結晶、  
4…結晶融液、 5…石英ルツボ、  
6…黒鉛ルツボ、 7…加熱ヒータ、  
8…断熱材、 9…ガス流出口、 10…ガス導入口、  
11…ガス整流筒、 12…遮熱部材。

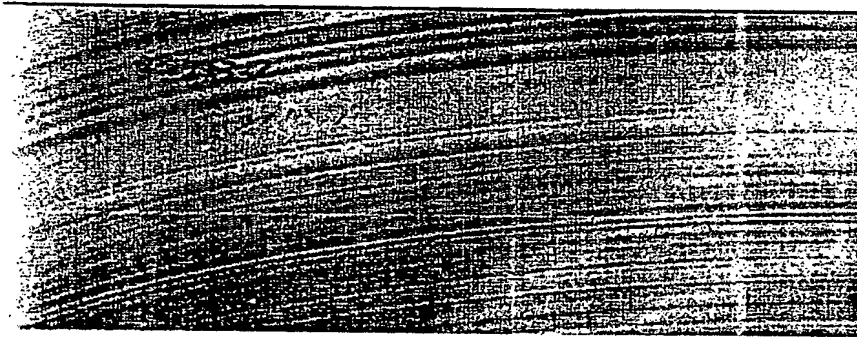


【書類名】 図面

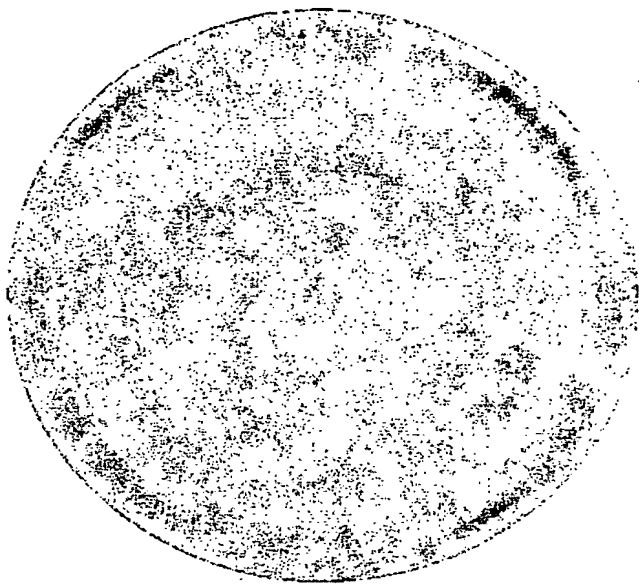
【図 1】



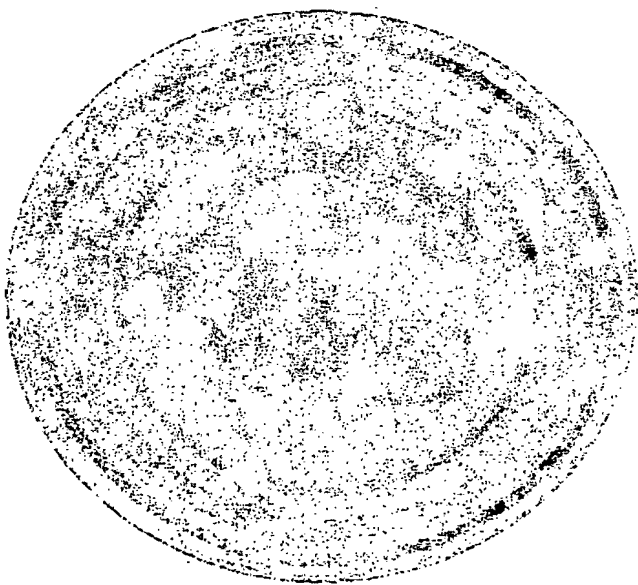
【図 2】



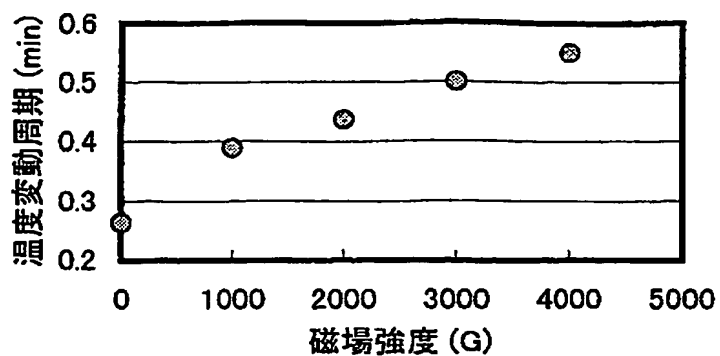
【図 3】



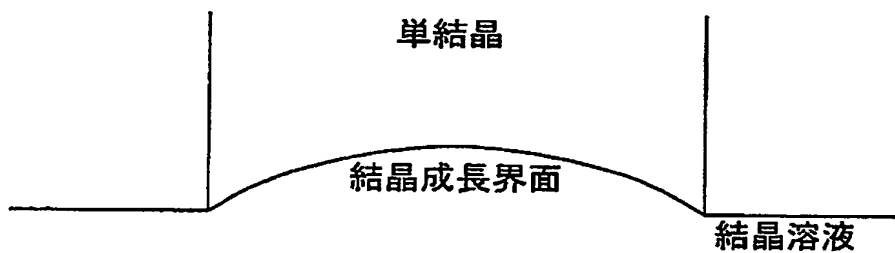
【図 4】



【図 5】

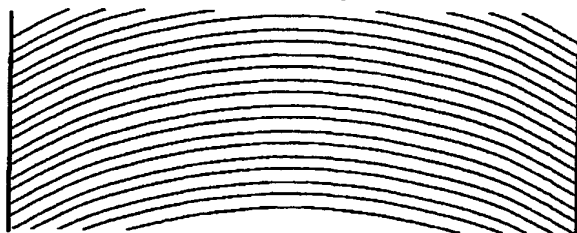


【図 6】



【図 7】

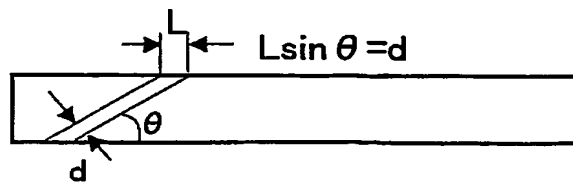
単結晶中の不均一縞



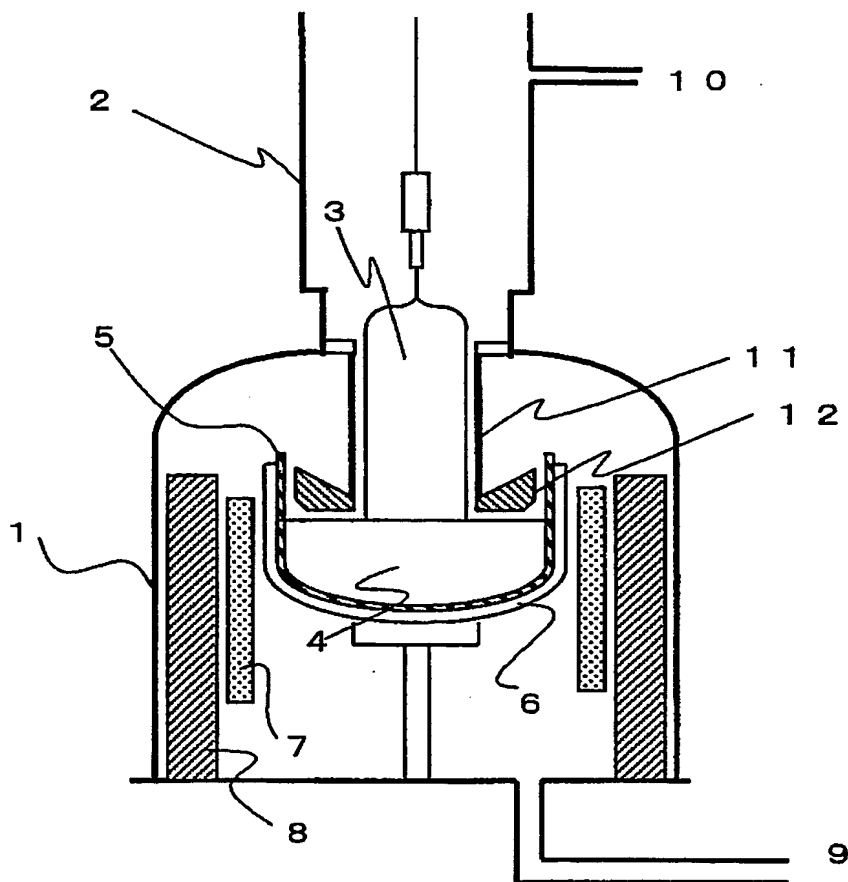
【図 8】



【図 9】



【図 10】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 ウエーハ表面の加工条件とは異なる観点からナノトポロジー特性を改善し、ナノトポロジー特性、特に  $2\text{ mm} \times 2\text{ mm}$  角の測定におけるナノトポロジー特性に優れたウエーハを切り出すことのできる単結晶、及びその単結晶を育成する単結晶育成方法を提供する。

【解決手段】 単結晶引き上げ法により得られた単結晶であって、結晶成長時の結晶融液の温度変動に起因して単結晶中に取り込まれる不均一縞の間隔が制御されたものであることを特徴とする単結晶、及び単結晶引き上げ法により単結晶を育成する単結晶育成方法であって、単結晶育成時の成長速度を  $V$  ( $\text{mm}/\text{min}$ ) とし、結晶融液の温度変動周期を  $F$  ( $\text{min}$ ) とし、結晶成長界面の水平面に対する角度を  $\theta$  とした時に、 $V \times F / \sin \theta$  が一定の範囲となるように成長速度及び／または温度変動周期を制御して単結晶を育成することを特徴とする単結晶育成方法。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 2 - 2 6 7 5 6 3

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 1 9 0 1 4 9 ]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 7 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都千代田区丸の内 1 丁目 4 番 2 号

氏 名

信越半導体株式会社